

= CA 2:312,249



①9 BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**

⑩ **DE 199 28 851 A 1**

⑤ Int. Cl.<sup>7</sup>:

**C 01 G 23/047**

A 61 K 7/40  
C 08 L 83/04  
B 01 J 32/00  
C 09 G 1/02  
C 09 K 3/14  
G 03 G 9/08

⑰ Aktenzeichen: 199 28 851.8  
⑳ Anmeldetag: 24. 6. 1999  
㉓ Offenlegungstag: 28. 12. 2000

DE 199 28 851 A 1

⑦① Anmelder:

Degussa-Hüls AG, 60311 Frankfurt, DE

⑦② Erfinder:

Gilges, Hilmar, Dr., 63739 Aschaffenburg, DE;  
Kerner, Dieter, Dr., 63450 Hanau, DE; Meyer, Jürgen,  
Dr., 63811 Stockstadt, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:

DE 42 02 695 A1  
WO 98 11 037

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid, Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung

⑤⑦ Granulate auf Basis von Titandioxid mit den Kenn-  
daten:

Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 150 µm

BET-Oberfläche: 25 bis 100 m<sup>2</sup>/g

pH-Wert: 3 bis 6

Stampfdichte: 400 bis 1200 g/l

Sie werden hergestellt, indem man Titandioxid in Wasser  
dispergiert, sprühtrocknet, gegebenenfalls tempert und/  
oder silanisiert.

In der silanisierten Form haben die Granulate die folgen-  
den Kenndaten:

Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 160 µm

BET-Oberfläche: 15 bis 100 m<sup>2</sup>/g

pH-Wert: 3,0 bis 9,0

Stampfdichte: 400 bis 1200 g/l

Kohlenstoffgehalt: 0,3 bis 12,0 Gew.-%

Die Granulate werden u. a. als Katalysatorträger in Kos-  
metika, als Sonnenschutz, in Silikonkautschuk, in Toner-  
pulver, in Lacken und Farben, als Schleif- und Poliermittel,  
als Rohstoff für die Glas- und Keramikherstellung einge-  
setzt.

DE 199 28 851 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid, das Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung.

- 5 Es ist bekannt, pyrogenes Titandioxid mittels Hochtemperatur oder Flammenhydrolyse aus  $\text{TiCl}_4$  herzustellen (Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 21, Seite 464 (1982)).

Pyrogene Titandioxide zeichnen sich durch extreme Feinteiligkeit, hohe spezifische Oberfläche (BET), sehr hohe Reinheit, sphärische Teilchenform und das Fehlen von Poren aus. Aufgrund dieser Eigenschaften finden pyrogen hergestellte Titandioxide zunehmend Interesse als Träger für Katalysatoren (Dr. Koth et al., Chem. Ing. Techn. 52, 628 (1980)).

- 10 Für diese Verwendung wird das pyrogen hergestellte Titandioxid auf mechanischem Wege mittels zum Beispiel Tabletiermaschinen verformt.

Es bestand somit die Aufgabe, Sprühgranulate von pyrogen hergestelltem Titandioxid, die als Katalysatorträger eingesetzt werden können, zu entwickeln.

- 15 Gegenstand der Erfindung sind Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid mit den folgenden physikalisch-chemischen Kenndaten:

Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 150  $\mu\text{m}$

BET-Oberfläche: 25 bis 100  $\text{m}^2/\text{g}$

pH-Wert: 3 bis 6

Stampfdichte: 400 bis 1.200  $\text{g/l}$

- 20 Das erfindungsgemäße Granulat kann hergestellt werden, indem man pyrogen hergestelltes Titandioxid in Wasser dispergiert, sprühtrocknet und gegebenenfalls die erhaltenen Granulate bei einer Temperatur von 150 bis 1.100°C während eines Zeitraumes von 1 bis 8 h tempert.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid mit den folgenden physikalisch-chemischen Kenndaten:

- 25 Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 160  $\mu\text{m}$

BET-Oberfläche: 15 bis 100  $\text{m}^2/\text{g}$

pH-Wert: 3,0 bis 9,0

Stampfdichte: 400 bis 1.200  $\text{g/l}$

Kohlenstoffgehalt: 0,3 bis 12,0 Gew.-%

- 30 Das erfindungsgemäße Granulat kann hergestellt werden, indem man pyrogen hergestelltes Titandioxid in Wasser dispergiert, sprühtrocknet und gegebenenfalls die erhaltenen Granulate bei einer Temperatur von 150 bis 1.000°C während eines Zeitraumes von 1 bis 8 h tempert und anschließend silanisiert. Zur Silanisierung können Halogensilane, Alkoxysilane, Silazane und/oder Siloxane eingesetzt werden.

Insbesondere können als Halogensilane die folgenden Stoffe eingesetzt werden:

- 35 Halogenorganosilane des Types  $\text{X}_3\text{Si}(\text{C}_n\text{H}_{2n+1})$

$\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$

$n = 1-20$

Halogenorganosilane des Types  $\text{X}_2(\text{R}')\text{Si}(\text{C}_n\text{H}_{2n+1})$

$\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$

- 40  $\text{R}' = \text{Alkyl}$

$n = 1-20$

Halogenorganosilane des Types  $\text{X}(\text{R}')_2\text{Si}(\text{C}_n\text{H}_{2n+1})$

$\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$

$\text{R}' = \text{Alkyl}$

- 45  $n = 1-20$

Halogenorganosilane des Types  $\text{X}_3\text{Si}(\text{CH}_2)_m\text{-R}'$

$\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$

$m = 0, 1-20$

$\text{R}' = \text{Alkyl}, \text{Aryl}$  (z. B.  $-\text{C}_6\text{H}_5$ )

- 50  $-\text{C}_4\text{F}_9$ ,  $-\text{OCF}_2\text{-CHF-CF}_3$ ,  $-\text{C}_6\text{F}_{13}$ ,  $-\text{O-CF}_2\text{-CHF}_2$

$-\text{NH}_2$ ,  $-\text{N}_3$ ,  $-\text{SCN}$ ,  $-\text{CH=CH}_2$ ,

$-\text{OOC}(\text{CH}_3)\text{C}=\text{CH}_2$

$-\text{OCH}_2\text{-CH}(\text{O})\text{CH}_2$

$-\text{NH-CO-N-CO-(CH}_2)_5$

- 55  $-\text{NH-COO-CH}_3$ ,  $-\text{NH-COO-CH}_2\text{-CH}_3$ ,  $-\text{NH-(CH}_2)_3\text{Si(OR)}_3$

$-\text{S}_x\text{-(CH}_2)_3\text{Si(OR)}_3$

Halogenorganosilane des Types  $(\text{R})\text{X}_2\text{Si}(\text{CH}_2)_m\text{-R}'$

$\text{X} = \text{Cl}, \text{Br}$

$\text{R} = \text{Alkyl}$

- 60  $m = 0, 1-20$

$\text{R}' = \text{Alkyl}, \text{Aryl}$  (z. B.  $-\text{C}_6\text{H}_5$ )

$-\text{C}_4\text{F}_9$ ,  $-\text{OCF}_2\text{-CHF-CF}_3$ ,  $-\text{C}_6\text{F}_{13}$ ,  $-\text{O-CF}_2\text{-CHF}_2$

$-\text{NH}_2$ ,  $-\text{N}_3$ ,  $-\text{SCN}$ ,  $-\text{CH=CH}_2$ ,

$-\text{OOC}(\text{CH}_3)\text{C}=\text{CH}_2$

- 65  $-\text{OCH}_2\text{-CH}(\text{O})\text{CH}_2$

$-\text{NH-CO-N-CO-(CH}_2)_5$

$-\text{NH-COO-CH}_3$ ,  $-\text{NH-COO-CH}_2\text{-CH}_3$ ,

$-\text{NH-(CH}_2)_3\text{Si(OR)}_3$

$-S_x-(CH_2)_3Si(OR)_3$

Halogenorganosilane des Types  $(R)_2XSi(CH_2)_m-R'$

X = Cl, Br

R = Alkyl

m = 0, 1-20

R' = Alkyl, Aryl (z. B.  $-C_6H_5$ )

$-C_4F_9$ ,  $-OCF_2-CHF-CF_3$ ,  $-C_6F_{13}$ ,  $-O-CF_2-CHF_2$

$-NH_2$ ,  $-N_3$ ,  $-SCN$ ,  $-CH=CH_2$ ,

$-OOC(CH_3)C=CH_2$

$-OCH_2-CH(O)CH_2$

$-NH-CO-N-CO-(CH_2)_5$

$-NH-COO-CH_3$ ,  $-NH-COO-CH_2-CH_3$ ,

$-NH-(CH_2)_3Si(OR)_3$

$-S_x-(CH_2)_3Si(OR)_3$

Insbesondere können als Alkoxysilane die folgenden Stoffe eingesetzt werden:

Organosilane des Types  $(RO)_3Si(C_nH_{2n+1})$

R = Alkyl

n = 1-20

Organosilane des Types  $R'_x(RO)_ySi(C_nH_{2n+1})$

R = Alkyl

R' = Alkyl

n = 1-20

x + y = 3

x = 1, 2

y = 1, 2

Organosilane des Types  $(RO)_3Si(CH_2)_m-R'$

R = Alkyl

m = 0, 1-20

R' = Alkyl, Aryl (z. B.  $-C_6H_5$ )

$-C_4F_9$ ,  $-OCF_2-CHF-CF_3$ ,  $-C_6F_{13}$ ,  $-O-CF_2-CHF_2$

$-NH_2$ ,  $-N_3$ ,  $-SCN$ ,  $-CH=CH_2$ ,

$-OOC(CH_3)C=CH_2$

$-OCH_2-CH(O)CH_2$

$-NH-CO-N-CO-(CH_2)_5$

$-NH-COO-CH_3$ ,  $-NH-COO-CH_2-CH_3$ ,

$-NH-(CH_2)_3Si(OR)_3$

$-S_x-(CH_2)_3Si(OR)_3$

Organosilane des Typs  $(R'')_x(RO)_ySi(CH_2)_m-R'$

R'' = Alkyl

x + y = 2

x = 1, 2

y = 1, 2

R' = Alkyl, Aryl (z. B.  $-C_6H_5$ )

$-C_4F_9$ ,  $-OCF_2-CHF-CF_3$ ,  $-C_6F_{13}$ ,  $-O-CF_2-CHF_2$

$-NH_2$ ,  $-N_3$ ,  $-SCN$ ,  $-CH=CH_2$ ,

$-OOC(CH_3)C=CH_2$

$-OCH_2-CH(O)CH_2$

$-NH-CO-N-CO-(CH_2)_5$

$-NH-COO-CH_3$ ,  $-NH-COO-CH_2-CH_3$ ,

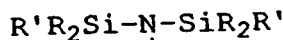
$-NH-(CH_2)_3Si(OR)_3$

$-S_x-(CH_2)_3Si(OR)_3$

Bevorzugt kann man als Silanisierungsmittel das Silan Si 10 8[( $CH_3O$ )<sub>3</sub>-Si- $C_8H_{17}$ ] Trimethoxyoctylsilan einsetzen.

Insbesondere können als Silazane die folgenden Stoffe eingesetzt werden:

Silane des Types



H

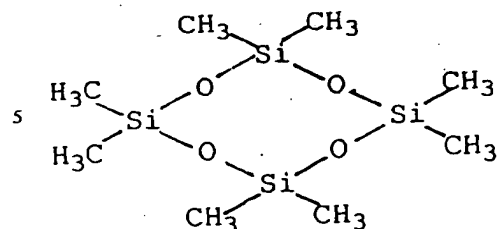
R = Alkyl

R' = Alkyl, Vinyl

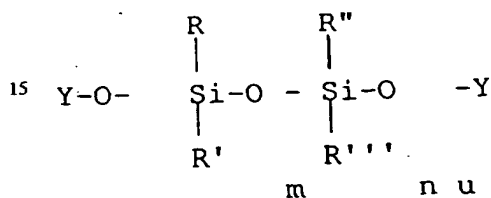
sowie zum Beispiel Hexamethyldisilazan.

Insbesondere können als Siloxane die folgenden Stoffe eingesetzt werden:

Cyclische Polysiloxane des Types D 3, D 4, D 5 z. B. Octamethylcyclotetrasiloxan = D 4



Polysiloxane bzw. Silikonöle des Types



$m = 0, 1, 2, 3 \dots \infty$

$n = 0, 1, 2, 3 \dots \infty$

$u = 0, 1, 2, 3 \dots \infty$

$\text{Y} = \text{CH}_3, \text{H}, \text{C}_n\text{H}_{2n+1} \quad n = 1-20$

$\text{Y} = \text{Si}(\text{CH}_3)_3, \text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{H}$

$\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{OH}, \text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{OCH}_3)$

$\text{Si}(\text{CH}_3)_2(\text{C}_n\text{H}_{2n+1}) \quad n = 1-20$

$\text{R} = \text{Alkyl}, \text{Aryl}, (\text{CH}_2)_n\text{-NH}_2, \text{H}$

$\text{R}' = \text{Alkyl}, \text{Aryl}, (\text{CH}_2)_n\text{-NH}_2, \text{H}$

$\text{R}'' = \text{Alkyl}, \text{Aryl}, (\text{CH}_2)_n\text{-NH}_2, \text{H}$

$\text{R}''' = \text{Alkyl}, \text{Aryl}, (\text{CH}_2)_n\text{-NH}_2, \text{H}$

Der Kohlenstoffgehalt des erfindungsgemäßen Granulates kann 0,3 bis 12,0 Gew.-% betragen.

Die Dispersion in Wasser kann eine Konzentration an Titandioxid von 3 bis 25 Gew.-% aufweisen.

Zur Dispersion können organische Hilfsmittel zugefügt werden, um die Stabilität der Dispersion zu erhöhen und die Teilchenmorphologie nach der Sprühtrocknung zu verbessern.

Beispielsweise können die folgenden Hilfsstoffe eingesetzt werden:

Polyalkohole, Polyether, Tenside auf Fluorkohlenwasserstoffbasis, Alkohole.

Die Sprühtrocknung kann man bei einer Temperatur von 200 bis 600°C durchführen. Dabei kann man Scheibenzerstäuber oder Düsenzerstäuber einsetzen.

Die Temperung der Granulate kann man sowohl in ruhender Schüttung, wie zum Beispiel in Kammeröfen, als auch in bewegter Schüttung, wie zum Beispiel Drehrohtrockner, durchführen.

Die Silanisierung kann mit denselben Halogensilanen, Alkoxysilanen, Silazanen und/oder Siloxanen wie oben beschrieben durchgeführt werden, wobei das Silanisierungsmittel gegebenenfalls in einem organischen Lösungsmittel, wie zum Beispiel Ethanol, gelöst sein kann.

Bevorzugt kann man als Silanisierungsmittel das Silan Si 108  $[(\text{CH}_3\text{O})_3\text{-Si-C}_8\text{H}_{17}]$  Trimethoxyoctylsilan einsetzen.

Die Silanisierung kann man durchführen, indem man das Granulat mit dem Silanisierungsmittel bei Raumtemperatur besprüht und das Gemisch anschließend bei einer Temperatur von 105 bis 400°C über einen Zeitraum von 1 bis 6 h thermisch behandelt.

Eine alternative Methode der Silanisierung der Granulate kann man durchführen, indem man das Granulat mit dem Silanisierungsmittel in Dampfform behandelt und das Gemisch anschließend bei einer Temperatur von 200 bis 800°C über einen Zeitraum von 0,5 bis 6 h thermisch behandelt.

Die thermische Behandlung kann unter Schutzgas, wie zum Beispiel Stickstoff, erfolgen.

Die Silanisierung kann man in beheizbaren Mischern und Trocknern mit Sprüheinrichtungen kontinuierlich oder ansatzweise durchführen. Geeignete Vorrichtungen können zum Beispiel sein: Pflugscharmischer, Teller-, Wirbelschicht- oder Fließbettrockner.

Durch die Variation der Einsatzstoffe, der Bedingungen bei der Sprühung, der Temperung und der Silanisierung kann man die physikalisch-chemischen Parameter der Granulate, wie die spezifische Oberfläche, die Korngrößenverteilung, die Stampfdichte, und pH-Wert innerhalb der angegebenen Grenzen verändern.

Das erfindungsgemäße Titandioxidgranulat weist die folgenden Vorteile auf:

Das Fließverhalten ist besser als bei nichtsprühgetrocknetem Titandioxid.

Das Einarbeiten in organische Systeme ist leichter.

Die Dispergierung ist einfacher.

Für die Granulation sind keine zusätzlichen Hilfsstoffe erforderlich.

Gegenüber dem nichtsprühgetrocknetem Titandioxid, das keine definierte Agglomeratgröße aufweist, hat das erfindungsgemäße Titandioxidgranulat eine definierte Teilchengröße.

Das erfindungsgemäße Titandioxidgranulat ermöglicht eine staubfreie Handhabung.

Auf Grund der hohen Stampfdichte ist ein geringerer Verpackungsaufwand für den Transport erforderlich.

Das erfindungsgemäße Titandioxidgranulat kann als Katalysatorträger eingesetzt werden.

Das nichtsprühgetrocknete Titandioxid ist hierzu nicht geeignet, weil es beispielsweise aus dem Wirbelbett herangetragen wird.

Die erfindungsgemäßen Granulate können als Träger für Katalysatoren, sowie in Kosmetika, als Sonnenschutz, in Silikonkautschuk, in Tonerpulver, in Lacken und Farben, als Schleif- und Poliermittel, als Rohstoff zur Glas- und Keramikherstellung eingesetzt werden.

5

#### Beispiele

Als pyrogen hergestelltes Titandioxid wird ein Titandioxid P25 mit den folgenden physikalisch-chemischen Kenndaten eingesetzt. Es ist bekannt aus der Schriftenreihe Pigmente Nr. 56 "Hochdisperse Metalloxide nach dem Aerosilverfahren", 4. Auflage, Februar 1989, Degussa AG.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

			Titandioxid P 25
5	CAS-Reg. Nummer		13463-67-7
	Verhalten gegenüber Wasser		hydrophil
10	Aussehen		lockeres weißes Pulver
	Oberfläche nach BET <sup>1)</sup>	m <sup>2</sup> /g	50 ± 15
15	Mittlere Größe der Primärteilchen	nm	21
	Stampfdichte <sup>2)</sup>	g/l	ca. 100
20	Spezifisches Gewicht <sup>10)</sup>	g/ml	ca. 3,7
	Trocknungsverlust <sup>3)</sup> bei Verlassen des Lieferwerkes (2 Stunden bei 105°C)	%	< 1,5
25	Glühverlust <sup>4)</sup> 7) (2 Stunden bei 1000°C)		< 2
	pH-Wert <sup>5)</sup> (in 4%iger wäßriger Dispersion)		3-4
30	SiO <sub>2</sub> )		< 0,2
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )		< 0,3
35	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )		< 0,01
	TiO <sub>2</sub> )		> 99,5
40	ZrO <sub>2</sub> )		-
	HfO <sub>2</sub> )		-
45	HCl <sup>8)</sup> 9)		< 0,3
	Siebrückstand <sup>6)</sup> (nach Mocker, 45 µm)	%	< 0,05

50 1) nach DIN 66131

2) nach DIN ISO 787/XI, JIS K 5101/18 (nicht gesiebt)

3) nach DIN ISO 787/II, ASTM D 280, JIS K 5101/21

55 4) nach DIN 55921, ASTM D 1208, JIS K 5101/23

5) nach DIN ISO 787/IX; ASTM D 1208; JIS K 5101/24

6) nach DIN ISO 787/XVIII; JIS K 5101/20

60 7) bezogen auf die 2 Stunden bei 105°C getrocknete Substanz

8) bezogen auf die 2 Stunden bei 1000°C gegläute Substanz

9) HCl-Gehalt ist Bestandteil des Glühverlustes

65 10) bestimmt mit dem Luftvergleichspyktometer

Zur Herstellung der Titandioxide wird in eine Knallgasflamme aus Wasserstoff und Luft eine flüchtige Titanverbin-

dung eingedüst. In den meisten Fällen verwendet man Titantetrachlorid. Diese Substanz hydrolysiert unter dem Einfluß des bei der Knallgasreaktion entstehenden Wassers zu Titandioxid und Salzsäure. Das Titandioxid tritt nach dem Verlassen der Flamme in eine sogenannte Koagulationszone ein, in der die Titandioxid-Primärteilchen und -Primäraggregate agglomerieren. Das in diesem Stadium als eine Art Aerosol vorliegende Produkt wird in Zyklonen von den gasförmigen Begleitsubstanzen getrennt und anschließend mit feuchter Heißluft nachbehandelt.

Die Teilchengrößen der Titandioxide können mit Hilfe der Reaktionsbedingungen, wie zum Beispiel Flammentemperatur, Wasserstoff- oder Sauerstoffanteil, Titantetrachloridmenge, Verweilzeit in der Flamme oder Länge der Koagulationsstrecke, variiert werden.

Die BET-Oberfläche wird gemäß DIN 66 131 mit Stickstoff bestimmt.

Das Stampfvolumen wird in Anlehnung an ASTM D 4164-88 bestimmt.

Geräte: Stampfvolumeter STA V 2003 der Fa. Engelsmann nach DIN 53194, Abs. 5.2. b-f

Meßzylinder 250 ml, Teilstiche je 2 ml

Waage mit Fehlergrenze max.  $\pm 0,1$  g

## Durchführung

Stelle das Zählerwerk des Stampfvolumeters auf 1000 Hübe. Tariere den Meßzylinder.

Fülle Granulat in den Meßzylinder bis zu 250 ml Marke. Notiere die Einwaage ( $\pm 0,1$  g).

Spanne den Meßzylinder in das Stampfvolumeter und schalte das Gerät ein.

Stampfende  $\rightarrow$  Gerät schaltet nach 1000 Hüben automatisch ab.

Lese das gestampfte Schüttvolumen auf 1 ml genau ab.

## Berechnung

E: Granulateinwaage in g

V: Abgelesenes Volumen in ml

W: Wassergehalt in Gew.-% (bestimmt nach Prüfvorschrift P001)

$$\text{Stampfdichte} = \frac{E \times (100 - W)}{V \times 100}$$

Der pH-Wert wird in 4%iger wäßriger Dispersion bestimmt, bei hydrophoben Katalysatorträgern in Wasser: Ethanol 1:1.

## Herstellung der erfindungsgemäßen Granulate

Das pyrogen hergestellte Titandioxid wird in vollentsalztem Wasser dispergiert. Dabei wird ein Dispergieraggregat verwendet, das nach dem Rotor/Stator-Prinzip arbeitet. Die entstehenden Dispersionen werden sprühgetrocknet. Die Abscheidung des Fertigproduktes erfolgt über Filter oder Zyklon.

Die Temperung der Sprühgranulate kann in Muffelöfen erfolgen.

Die sprühgetrockneten und eventuell getemperten Granulate werden zur Silanisierung in einem Mischer vorgelegt und unter intensivem Mischen gegebenenfalls zunächst mit Wasser und anschließend mit dem Silanisierungsmittel besprüht. Nachdem das Sprühen beendet ist, wird noch 15 bis 30 min nachgemischt und anschließend 1 bis 4 h bei 100 bis 400°C getempert.

Das eingesetzte Wasser kann mit einer Säure, zum Beispiel Salzsäure, bis zu einem pH-Wert von 7 bis 1 angesäuert sein. Das eingesetzte Silanisierungsmittel kann in einem Lösungsmittel, wie zum Beispiel Ethanol, gelöst sein.

Tabelle 1

Daten zur Sprühtrocknung von wässrigen TiO<sub>2</sub>P25-Dispersionen

Beispiel	Menge H <sub>2</sub> O [kg]	Menge TiO <sub>2</sub> P25 [kg]	Zerstäubung mit	Dehzahl Zerstäuber- scheibe [Upm]	Betriebs- temperatur [°C]	Abluft- temperatur [°C]	Abscheidung
1	10	1,5	Scheibe	35 000	345	100	Zyklon
2	10	1,5	Scheibe	45 000	370	105	Zyklon
3	10	1,5	Scheibe	20 000	350	95	Zyklon
4	10	2,5	Scheibe	15 000	348	100	Zyklon
5	100	15	2-Stoff-Düse	---	445	130	Filter
6	100	15	Scheibe	10 000	450	105	Filter
7	10	2,5	Scheibe	20 000	348	105	Zyklon
8	10	1,5	Scheibe	15 000	348	105	Zyklon
9	10	2,5	Scheibe	35 000	300	105	Zyklon



Tabelle 2:

Physikalisch-chemische Daten der sprühgetrokneten Produkte

Beispiel	Oberfläche nach BET [ $\text{m}^2/\text{g}$ ]	Stampfdichte [ $\text{g/l}$ ]	pH-Wert	$d_{50}$ -Wert (Cilas) [ $\mu\text{m}$ ]	Trocknungs- verlust [%]	Glühverlust [%]
1	51	641	3,9	14,6	0,9	0,9
2	50	612	3,7	10,6	0,8	1,0
3	52	680	3,5	25,0	0,8	1,0
4	51	710	3,7	43,6	0,8	1,2
5	52	660	4,0	17,1	0,9	0,9
6	53	702	3,9	27,5	0,9	0,9
7	50	708	3,5	26,7	1,1	0,6
8	53	696	3,9	30,1	1,0	0,9
9	49	640	3,7	16,0	0,7	0,8

Tabelle 3:

Daten zur Hydrophobierung von dem Titandioxidgranulat gemäß Beispiel 6

Beispiel	Menge P25/7 [kg]	Hydrophobierungs -mittel	Menge Hydrophobierungs -mittel [kg]	Menge H <sub>2</sub> O [kg]	Temper Temperatur [°C]	Temper- zeit
10	2	Si 108	0,2	0,05	120	2
11	2	Si 108	0,3	0,05	120	2
12	3,15	Silikonöl	0,2	0	350	2
13	3,15	Silikonöl	0,3	0	350	15

Tabelle 4:

Physikalisch-chemische Daten von hydrophobiertem Titandioxidgranulat gemäß Beispiel 6

Beispiel	Oberfläche nach BET [ $\text{m}^2/\text{g}$ ]	C-Gehalt [%]	Stampfdichte [g/l]	pH-Wert	Trocknungs- verlust [%]	Glühverlust [%]	$d_{50}$ -Wert (Cilas) [ $\mu\text{m}$ ]
10	36	3,9	848	3,1	0,2	4,2	29,8
11	30	5,5	873	3,2	0,4	6,1	28,7
12	32	2,1	768	3,6	0	1,9	30,2
13	25	3,3	883	3,9	0	4,4	28,1

1. Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid mit den folgenden physikalisch-chemischen Kenn-  
daten:

Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 150  $\mu\text{m}$

BET-Oberfläche: 25 bis 100  $\text{m}^2/\text{g}$

pH-Wert: 3 bis 6

Stampfdichte: 400 bis 1.200  $\text{g/l}$ .

2. Verfahren zur Herstellung der Granulate nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man pyrogen hergestell-  
tes Titandioxid in Wasser dispergiert, sprühtrocknet und gegebenenfalls die erhaltenen Granulate bei einer Tempe-  
ratur von 150 bis 1.100°C während eines Zeitraumes von 1 bis 8 h tempert.

3. Granulate auf Basis von pyrogen hergestelltem Titandioxid mit den folgenden physikalisch-chemischen Kenn-  
daten:

Mittlerer Korndurchmesser: 10 bis 160  $\mu\text{m}$

BET-Oberfläche: 15 bis 100  $\text{m}^2/\text{g}$

pH-Wert: 3,0 bis 9,0

Stampfdichte: 400 bis 1.200  $\text{g/l}$

Kohlenstoffgehalt: 0,3 bis 12,0 Gew.-%.

4. Verfahren zur Herstellung der Granulate nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man pyrogen hergestell-  
tes Titandioxid in Wasser dispergiert, sprühtrocknet, gegebenenfalls die erhaltenen Granulate bei einer Temperatur  
von 150 bis 1.100°C während eines Zeitraumes von 1 bis 8 h tempert und anschließend silanisiert.

5. Verwendung der Granulate gemäß den Ansprüchen 1 und 3 als Katalysatorträger, sowie in Kosmetika, als Son-  
nenschutz, in Silikonkautschuk, in Tonerpulver, in Lacken und Farbe, als Schleif- und Poliermittel, als Rohstoff für  
Glas- und Keramikherstellung.